



THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

In re application of : **Confirmation No. 6970**  
Kiyokazu SHUKU et al. : Attorney Docket No. 2003\_1841A  
Serial No. 10/748,157 : Group Art Unit 1751  
Filed December 31, 2003 : Examiner Margaret V. Einsmann

ANTI-PILLING TREATING METHOD  
FOR PROTEIN FIBER MATERIAL

**Mail Stop AMENDMENT**

---

**CLAIM OF PRIORITY UNDER 35 USC 119**

Commissioner for Patents  
P.O. Box 1450  
Alexandria, VA 22313-1450

Sir:


Applicants in the above-entitled application hereby claim the date of priority under the International Convention of Japanese Patent Application No. 2003-184699, filed June 27, 2003, as acknowledged in the Declaration of this application.

A certified copy of said Japanese Patent Application is submitted herewith.

Respectfully submitted,

Kiyokazu SHUKU et al.

THE COMMISSIONER IS AUTHORIZED  
TO CHARGE ANY DEFICIENCY IN THE  
FEES FOR THIS PAPER TO DEPOSIT  
ACCOUNT NO. 23-0975

By   
Matthew M. Jacob  
Registration No. 25,154  
Attorney for Applicants

MJ/kes  
Washington, D.C. 20006-1021  
Telephone (202) 721-8200  
Facsimile (202) 721-8250  
November 1, 2005

日 本 国 特 許 庁  
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日            2 0 0 3 年   6 月 2 7 日  
Date of Application:

出 願 番 号            特 願 2 0 0 3 - 1 8 4 6 9 9  
Application Number:

[ST. 10/C]:            [ J P 2 0 0 3 - 1 8 4 6 9 9 ]

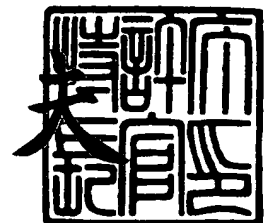
願        人            岡 本 株 式 有 限 公 司  
Applicant(s):

CERTIFIED COPY OF  
PRIORITY DOCUMENT

2 0 0 3 年 1 2 月 2 4 日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

今 井 康 夫



出証番号    出証特 2 0 0 3 - 3 1 0 6 9 2 4

BEST AVAILABLE COPY

【書類名】 特許願

【整理番号】 KP05687-14

【提出日】 平成15年 6月27日

【あて先】 特許庁長官 殿

【国際特許分類】 D06M 13/358

【発明の名称】 蛋白質系繊維材料の抗ピリング加工方法

【請求項の数】 3

【発明者】

【住所又は居所】 奈良県北葛城郡広陵町大字大塚 1 5 0 番地の 1 岡本株式会社内

【氏名】 珠久 清和

【発明者】

【住所又は居所】 奈良県北葛城郡広陵町大字大塚 1 5 0 番地の 1 岡本株式会社内

【氏名】 柏原 宏美

【特許出願人】

【識別番号】 592154411

【氏名又は名称】 岡本株式会社

【代理人】

【識別番号】 100074206

【住所又は居所】 大阪府大阪市中央区日本橋 1 丁目 1 8 番 1 2 号 鎌田特許事務所

【弁理士】

【氏名又は名称】 鎌田 文二

【電話番号】 06-6631-0021

【選任した代理人】

【識別番号】 100084858

【弁理士】

【氏名又は名称】 東尾 正博

## 【選任した代理人】

【識別番号】 100087538

## 【弁理士】

【氏名又は名称】 鳥居 和久

## 【手数料の表示】

【予納台帳番号】 009025

【納付金額】 21,000円

## 【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 0212628

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 蛋白質系繊維材料の抗ピリング加工方法

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 ジクロロピリミジンまたはトリクロロピリミジンからなるピリミジン化合物を 1 重量%以上含有する架橋剤を用い、弱アルカリ性条件で蛋白質系繊維を分子間架橋反応させることからなる蛋白質系繊維材料の抗ピリング加工方法。

【請求項 2】 ピリミジン化合物が、2, 4, 6-トリクロロピリミジン、2, 6-ジクロロピリミジン、2, 6-ジクロロ-4-アミノピリミジン、4, 6-ジクロロピリミジンおよび 2-アミノ-4, 6-ジクロロピリミジンからなる群から選ばれる一種以上のピリミジン化合物である請求項 1 記載の蛋白質系繊維材料の抗ピリング加工方法。

【請求項 3】 弱アルカリ性条件が、反応開始当初に pH 8.5~9.9 であり、かつ反応終了時に pH 7.0~7.9 となる pH 値の条件である請求項 1 または 2 に記載の蛋白質系繊維材料の抗ピリング加工方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

この発明は、絹、獣毛などからなる蛋白質系繊維製品にピリング（毛玉）の発生を防止するため、繊維材料に対して施される蛋白質系繊維材料の抗ピリング加工方法に関する。

【0002】

【従来技術】

一般に、繊維材料とは、繊維、糸の中間製品、糸、織物などを総称する用語であるが、たとえばメリノ種羊毛、ラム羊毛、アンゴラ、カシミア、アルパカ、モヘア、キャメルなどの羊毛・獣毛や絹などの蛋白質系繊維材料は、保温性や伸縮性に優れ、また撥水性でありながら吸湿性があり、また弾力性があり変形しても回復力が強いので型崩れをし難いといった編織物などの衣料用素材として好ましい性質を有している。

**【0003】**

このような蛋白質系繊維材料からなる衣料などの繊維製品は、着用時に繊維へ摩擦や衝撃が加わると、糸を構成する短繊維やマイクロ繊維が摩擦により糸表面から浮き出て、これらの繊維同士が互いに絡み合っぴピリング（毛玉）を生じ、衣料製品の外観的価値が損なわれる場合がある。

**【0004】**

従来知られた蛋白質系繊維材料に対するピリング防止加工処理としては、2,6-ジクロロ-4-ヒドロキシ-S-トリアジンもしくはその塩を処理剤として用いた抗ピリング加工法が知られている（特許文献1参照）。

**【0005】**

また、羊毛などの繊維製品類に対する処理法として、トリクロロピリミジン基またはジクロロピリミジン基などを有すると共に、アニオン活性基を有し、かつアリール基を分子母体とする化合物を架橋剤として、蛋白繊維の主鎖及び側鎖を連結し、緻密な網目構造を形成して防皺性、伸縮性、防縮性などの形態安定化を向上させる処理方法が知られている（特許文献2参照）。

**【0006】****【特許文献1】**

特開2002-138369号公報（特許請求の範囲）

**【特許文献2】**

特開平9-78451号公報（請求項2、3、段落0037）

**【0007】****【発明が解決しようとする課題】**

しかし、トリアジン系化合物を用いる抗ピリング加工方法は、加水分解されやすいトリアジン系化合物を用いているので、安定した加工処理によって品質の一定したものを得ることが容易でなく、高度の処理技能を要する方法であった。

**【0008】**

また、トリクロロピリミジン基またはジクロロピリミジン基などを有すると共に、アニオン活性基を有し、かつアリール基を分子母体とする化合物を架橋剤とする方法では、架橋剤の分子量が大きいので、処理後の繊維に十分な軟らかさの

ある風合いが得られ難く、高い品質の繊維品類を製造することが容易でないという問題点がある。

#### 【0009】

また、フェルト化防止や防縮を主目的とした加工法では、偶然に弱い抗ピリング効果が得られる場合はあっても、JIS L1076法によるピリングテストで5級程度の抗ピリング性が確実に得られない。

#### 【0010】

因みに、セルロース系繊維において採用できる抗ピリング加工方法はあるが、繊維が傷むので同じ方法を蛋白質系繊維材料に採用することはできない。

#### 【0011】

そこで、この発明の課題は、上記した従来の問題点を解決して、安定した加工処理によって品質の一定したものが得られ、処理後の蛋白質系繊維材料に十分な軟らかさと風合いを備えると共に優れた抗ピリング性が得られる抗ピリング加工方法とすることであり、この方法により抗ピリング性を付与した高い品質の蛋白質系繊維材料を安定して製造できることである。

#### 【0012】

##### 【課題を解決するための手段】

上記した課題を解決するために、この発明においては、ジクロロピリミジンまたはトリクロロピリミジンからなるピリミジン化合物を架橋剤として、弱アルカリ性条件で蛋白質系繊維を分子間架橋反応させることからなる蛋白質系繊維材料の抗ピリング加工方法としたのである。

#### 【0013】

上記したようになされる加工方法は、ジクロロピリミジンまたはトリクロロピリミジンからなるピリミジン化合物を架橋剤としているが、ピリミジン化合物はトリアジン化合物に比べて加水分解されにくいため、安定した加工処理によって品質の一定した繊維材料が得られる。

#### 【0014】

また、所定の架橋剤は分子量が小さいので、処理後の繊維に十分な軟らかさのある風合いが得られ、高い品質の繊維品類を製造することができる。

**【0015】**

そのような所定の架橋剤であるピリミジン化合物としては、2, 4, 6-トリクロロピリミジン、2, 6-ジクロロピリミジン、2, 6-ジクロロ-4-アミノピリミジン、4, 6-ジクロロピリミジンおよび2-アミノ-4, 6-ジクロロピリミジンからなる群から選ばれる一種以上のピリミジン化合物を採用することができる。

**【0016】**

また、上記した課題を確実に達成するためには、分子間架橋反応に用いるピリミジン化合物の配合量が、1重量%以上、好ましくは1～8重量%であること、および弱アルカリ性条件での架橋反応として、反応開始当初にpH 8.5～9.9であり、かつ反応終了時にpH 7.0～7.9となるpH条件を採用することが好ましい。

**【0017】**

このような手段を用いたこの発明の抗ピリング加工方法は、蛋白質系繊維材料を劣化させることなく、蛋白質系繊維材料に優れた抗ピリング性を付与することができる。

**【0018】****【発明の実施の形態】**

この発明で加工対象とする蛋白質系繊維材料は、蛋白質系の繊維、糸の中間製品、糸、織物などを総称するが、それは単品でも混紡品の何れでも良く、ウール、その他の獣毛または絹などの蛋白質系繊維材料を主成分とするものであれば、いわゆる合成繊維を含めた複合系繊維材料であってもよい。

なお、獣毛の具体例としては、前述したように、メリノ種羊毛、ラム羊毛、アンゴラ、カシミア、アルパカ、モヘア、キャメルなどが挙げられる。

**【0019】**

また、動物性繊維の場合、うろこ状形態のスケールを除去したオフスケール繊維を主成分とする素材を用いることが望ましい。オフスケールされた繊維を用いれば、この発明による加工処理の反応性が向上し、抗ピリングの効果が安定する上に、防縮性が向上するという副次的な効果も得られる。



**【0020】**

この発明に用いるピリミジン化合物としては、2, 4, 6-トリクロロピリミジン、2, 6-ジクロロピリミジン、2, 6-ジクロロ-4-アミノピリミジン、4, 6-ジクロロピリミジンおよび2-アミノ-4, 6-ジクロロピリミジンからなる群から選ばれる一種以上のピリミジン化合物が挙げられ、これらの処理液中の配合量は、1～8重量%であることが好ましい。1重量%未満の少量の配合量では、後述の比較例3で示されるように、十分な抗ピリング性が得られない。また、8重量%を越えて多量に配合すると、未反応の架橋剤が過剰に供給されることになって反応に無駄が生じて好ましくないからである。

**【0021】**

抗ピリング加工方法の好ましい処理条件を例示すると、まず浴比を1:5～20とし、初期処理浴を25～85℃とし、処理浴内の水を循環させながら非イオン系の界面活性剤を繊維重量に対し1～5重量%加え、次に無水芒硝を10～100g/L添加して5～10分間循環させながら保持する。

**【0022】**

次に、2, 4, 6-トリクロロピリミジンまたはジクロロピリミジンの誘導体を架橋剤として、1～8重量%配合し、次いで炭酸ナトリウムを2～7重量%投入して5～10分循環させながら保持する。その時のPHは8.5～9.9とする。次いで、85～100℃で20～60分保持する。反応最終時のPHは7.0～7.9とする。その後、徐冷、水洗、ソーピングを行うことで目的の抗ピリング加工処理を達成する事ができる。

**【0023】**

このようにして蛋白質系繊維材料のピリング性を改良すれば、蛋白質系繊維材料の摩耗強度も向上して付加価値や機能性も高まると共に、風合いが改善されて使用性が快適となり、その用途も広がる可能性が生じる。

**【0024】****【実施例および比較例】**

実施例および比較例の抗ピリング加工処理に用いた処理系、架橋剤および調整したpH値を表1にまとめて示した。以下に各例の詳細を説明する。

## 【 0 0 2 5 】

## 〔実施例 1〕

精練処理を行った 2 / 4 8 番オフスケールウール糸 1 k g のチーズ巻きを 1 k g 試験用のチーズ染色機に装着し、その処理浴を 3 0 ℃ に昇温し浴比を 1 : 1 2 となるよう設定した。

## 【 0 0 2 6 】

処理浴内の 3 0 ℃ の水を循環させながら非イオン性高分子界面活性剤（大阪ケミカル工業社製：W X - 3 ）を繊維重量に対して 3 重量 % 加え、次に無水芒硝を 5 0 g / l 投入して 5 分間循環させながら保持した。次に 2 , 4 , 6 - トリクロロピリミジンを 3 重量 % 加えて循環させながら 1 0 分間保持し、次に炭酸ナトリウム 5 . 5 重量 % を投入し、1 0 分間保持した。その時の p H は 9 . 5 であった。その後、1 ℃ / min で 9 5 ℃ まで昇温して 3 0 分間保持したが、最終の p H は 7 . 8 であった。次に、7 0 ℃ まで徐冷処理を行って処理液を排水し、水洗を 3 回繰り返し、引き続いて 6 0 ℃ で 1 0 分間の湯洗いを行なった。その後、水洗を 3 回行って加工処理を終了した。その後、通常の染色工程を行って、抗ピリング処理された糸を製造した。

## 【 0 0 2 7 】

得られた糸をプレーンに編み、実施例 1 の蛋白質系繊維材料を得た。この実施例 1 の編地を用いてピリングテスト（J I S L 1 0 7 6 I C I 型試験機使用）を行い、抗ピリング性を評価し、その結果を表 2 中に示した。

## 【 0 0 2 8 】

【表 1】

|       | 処理系<br>2 / 4 8 ウール | 架橋剤                         | 初期<br>pH | 最終<br>pH |
|-------|--------------------|-----------------------------|----------|----------|
| 実施例 1 | オフスケール             | 2, 4, 6-トリクロロピリミジン<br>3 %   | 9.5      | 7.8      |
| 実施例 2 | オフスケール             | 2-アミノ-4, 6-ジクロロピリミジン<br>3 % | 9.4      | 7.6      |
| 実施例 3 | スケールあり             | 2, 4, 6-トリクロロピリミジン<br>5 %   | 9.8      | 7.8      |
| 比較例 1 | オフスケール             | —                           | —        | —        |
| 比較例 2 | スケールあり             | —                           | —        | —        |
| 比較例 3 | オフスケール             | 2, 4, 6-トリクロロピリミジン<br>0.5 % | 9.6      | 7.8      |
| 比較例 4 | オフスケール             | 2, 4, 6-トリクロロピリミジン<br>3 %   | 11.5     | 10.8     |
| 比較例 5 | オフスケール             | 2-アミノ-4, 6-ジクロロピリミジン<br>3 % | 11.3     | 10.5     |
| 比較例 6 | スケールあり             | 2, 4, 6-トリクロロピリミジン<br>5 %   | 11.8     | 10.6     |

【0029】

【表 2】

|       | ピリングテスト結果 | 風合いの評価    |
|-------|-----------|-----------|
| 実施例 1 | 5 級       | 触感・外観共に優良 |
| 実施例 2 | 5 級       | 触感・外観共に優良 |
| 実施例 3 | 5 級       | 触感・外観共に優良 |
| 比較例 1 | 2.5 級     | 着用上の問題なし  |
| 比較例 2 | 3 級       | 着用上の問題なし  |
| 比較例 3 | 4 級       | 着用上の問題なし  |
| 比較例 4 | —         | —         |
| 比較例 5 | —         | —         |
| 比較例 6 | —         | —         |

【0030】

【実施例 2】

精練処理を行った 2 / 4 8 番オフスケールウール糸 1 kg のチーズ巻きを 1 kg 試験用のチーズ染色機に装着し、その処理浴を 85℃ に昇温し浴比を 1 : 12 となるよう設定した。

## 【0031】

処理浴内の85℃の水を循環させながら、非イオン性高分子界面活性剤（大阪ケミカル工業社製：WX-3）を繊維重量に対して3重量%を加え、次に無水芒硝を50g/l投入して5分間循環させながら保持した。次に2-アミノ-4,6-ジクロロピリミジンを3重量%加え循環させながら10分間保持した。次に炭酸ナトリウムを2.5重量%投入して10分間保持した。その時のpHは9.4であった。

## 【0032】

その後、1℃/minで98℃まで昇温して45分間保持した。最終のpHは7.6であり、その後、70℃まで徐冷処理を行って処理液を排水した後、水洗を3回繰り返し、引き続き60℃で10分間湯洗いを行なった。その後、水洗を3回行い、加工処理を終了し、さらに通常の染色工程を行って抗ピリング処理を終了した。

## 【0033】

得られた糸をプレーンに編み、実施例2の蛋白質系繊維材料を得た。この実施例2の編地を用いてピリングテスト（JIS L1076 ICI型試験機使用）を行い抗ピリング性を評価し、その結果を表2中に併記した。

## 【0034】

## [実施例3]

精練処理を行った2/48番スケールありウール糸1kgのチーズ巻きを1kg試験用のチーズ染色機に装着し、その処理浴を30℃に昇温し浴比を1:12となるよう設定した。

## 【0035】

処理浴内の30℃の水を循環させながら非イオン性高分子界面活性剤（大阪ケミカル工業社製：WX-3）を繊維重量に対して3重量%加え、次に無水芒硝を100g/l投入して5分間循環させながら保持した。次に2,4,6-トリクロロピリミジンを5重量%加え循環させながら10分間保持した。次に炭酸ナトリウム6.0重量%を投入し10分間保持した。その時のpHは9.8であった。その後、1℃/minで95℃まで昇温し45分間保持した。最終のpHは7.

8であった。その後、70℃まで徐冷処理を行い処理液を排水した後、水洗を3回繰り返し、引き続き60℃で10分間湯洗いをを行った。その後、水洗を3回加工処理を終了し、さらに、通常の染色工程を行って抗ピリング処理を終了した。

#### 【0036】

得られた糸をプレーンに編み、実施例3の蛋白質系繊維材料を得た。この実施例3の編地を用いてピリングテスト（JIS L1076 ICI型試験機使用）を行ない抗ピリング性を評価し、その結果を表2中に併記した。

#### 【0037】

##### [比較例1]

精練処理を行った2/48番オフスケールウール糸1kgのチーズ巻きを1kg試験用のチーズ染色機を用いて通常の染色工程を行った。

このようにして得られた糸を使用して実施例1と同様に編地を作成した。この編地を用いてピリングテスト（JIS L1076 ICI型試験機使用）を行ない抗ピリング性を評価し、結果を2表に示した。

#### 【0038】

##### [比較例2]

精練処理を行った2/48番スケールありウール糸1kgのチーズ巻きを1kg試験用のチーズ染色機を用いて通常の染色工程を行なった。

このようにして得られた糸を使用して実施例1と同様に編地を作成した。この編地を用いてピリングテスト（JIS L1076 ICI形試験機使用）を行ない抗ピリング性を評価し、結果を2表中に示した。

#### 【0039】

##### [比較例3]

2, 4, 6-トリクロロピリミジン0.5重量%としたこと以外は実施例1と同条件で、抗ピリング加工処理を行なった糸を製造した。

得られた糸をプレーンに編み、比較例3の蛋白質系繊維材料を得た。この生地を用いてピリングテスト（JIS L1076 ICI形試験機使用）を行ない抗ピリング性を評価し、結果を表2に示した。

## 【0040】

## [比較例 4]

炭酸ナトリウムの代わりに苛性ソーダを 5 重量%投入して処理液を pH11.5 に調整したこと以外は、実施例 1 と同様の処理条件で繊維への加工処理を行った。反応終了時の pH は 10.8 であった。

このようにして得られた糸に対して実施例 1 と同様に編地の作成を試みたが、糸が劣化して強度が低下しているため、編地を作成する事はできなかった。

## 【0041】

## [比較例 5]

炭酸ナトリウムの代わりに苛性ソーダを 5 重量%投入して処理液を pH11.3 にしたこと以外は、実施例 2 と同様の処理条件で繊維に対して加工処理を行った。反応終了時の pH は 10.5 であった。

このようにして得られた糸を用いて実施例 1 と同様に編地の作成を試みたが、糸が劣化し強度が低下しているため、編地を作成することはできなかった。

## 【0042】

## [比較例 6]

炭酸ナトリウムの代わりに苛性ソーダを 5 重量%投入し、処理液を pH11.8 にしたこと以外は、実施例 3 と同様の処理条件で繊維に対して加工処理を行った。反応終了時の pH は 10.6 であった。

このようにして得られた糸を用いて実施例 1 と同様に編地の作成を試みたが糸が劣化し強度が低下しているため、編地を作成することはできなかった。

## 【0043】

表 2 の結果からも明かなように、実施例 1 ～ 3 の蛋白質系繊維材料は、優れた抗ピリング性が付与されており、JIS L1076 法のピリングテスト結果は何れも 5 級となっていた。

## 【0044】

また、この発明の加工方法では、実施例 1 ～ 3 に示すように最終処理液の pH が 7.0 ～ 7.9 の範囲内にしたので、蛋白質系繊維材料の劣化を招くことも無く十分な実用性を具備している。

**【0045】**

従って、従来のフェルト化防止や防縮を目的とした場合と同様の加工方法の副産物として得られる微弱な抗ピリング性のある繊維材料とは異なり、それを超える優れた抗ピリング性が得られる繊維材料となり、そのような蛋白質系繊維材料の機能性が向上し、一般の衣料材料の用途はもとより、ピリングが発生し易い靴下やスポーツ用衣料などにも用途を拡大することができるものが得られる。

**【0046】**

また、この発明の抗ピリング加工方法は、特殊な設備を必要とせず、加工費も比較的安価にできるので、経済性の点でも優れ、実用的価値の極めて高い方法であるといえる。

**【0047】****【発明の効果】**

この発明は、以上説明したように、蛋白質系繊維材料を、ジクロロピリミジンまたはトリクロロピリミジンからなるピリミジン化合物を所定濃度とする架橋剤により弱アルカリ性条件で架橋反応させる抗ピリング加工方法としたので、安定した加工処理ができて品質の安定した良質の処理ができ、処理後の蛋白質系繊維材料には十分な軟らかさと風合いが備わり、優れた抗ピリング性のある繊維材料が得られるという利点がある。

【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 安定した加工処理によって品質の一定したものが得られ、処理後の蛋白質系繊維材料に十分な軟らかさと風合いを備えると共に優れた抗ピリング性が得られる加工方法とすることであり、抗ピリング性に優れた蛋白質系繊維材料を安定製造することである。

【解決手段】 蛋白質系繊維材料を、2，4，6-トリクロロピリミジン、2，6-ジクロロピリミジン、2，6-ジクロロ-4-アミノピリミジン、4，6-ジクロロピリミジンおよび2-アミノ-4，6-ジクロロピリミジンからなる群から選ばれる一種以上のピリミジン化合物を1重量%以上含有する架橋剤として、反応開始当初にpH 8.5～9.9であり、かつ反応終了時にpH 7.0～7.9となる弱アルカリ性条件で架橋反応させる蛋白質系繊維材料の抗ピリング加工方法とする。

【選択図】 なし



特願 2 0 0 3 - 1 8 4 6 9 9

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[ 5 9 2 1 5 4 4 1 1 ]

1. 変更年月日

1 9 9 2 年 6 月 2 2 日

[変更理由]

新規登録

住 所

奈良県北葛城郡広陵町大字大塚 1 5 0 番地の 1

氏 名

岡本株式会社